## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

05-311164

(43)Date of publication of application: 22.11.1993

(51)Int.CI.

C09K 11/06 H05B 33/14

(21)Application number : 04-142000

(71)Applicant :

DENKI KAGAKU KOGYO KK

(22)Date of filing:

08.05.1992

(72)Inventor:

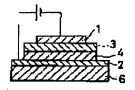
NAKANO TATSUO KATO KAZUO

ASAI SHINICHIRO

### (54) ORGANIC ELECTROLUMINESCENT ELEMENT

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the organic electroluminescent element containing a blue color-luminous element having high brightness and high performance in a luminous layer. CONSTITUTION: The organic electroluminescent element comprises a pair of electrodes at least one of which is transparent and a luminous layer having a hole transport layer and an electron transporting layer, the luminous layer containing a 8-hydroxyquinaldine aluminum compound.



#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平5-311164

(43)公開日 平成5年(1993)11月22日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

識別配号 庁内整理番号

FΙ

技術表示箇所

C 0 9 K 11/06 H 0 5 B 33/14 Z 9159-4H

審査請求 未請求 請求項の数1(全 4 頁)

(21)出願番号

特願平4-142000

(71)出題人 000003296

電気化学工業株式会社

(22)出顧日

平成 4年(1992) 5月8日

東京都千代田区有楽町1丁目4番1号

(72)発明者 中野 辰夫

東京都町田市旭町3丁目5番1号 電気化

学工業株式会社総合研究所内

(72)発明者 加藤 和男

東京都町田市旭町3丁目5番1号 電気化

学工業株式会社総合研究所内

(72)発明者 浅井 新一郎

東京都町田市旭町3丁目5番1号 電気化

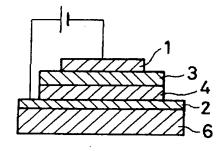
学工業株式会社総合研究所内

## (54) 【発明の名称】 有機電界発光素子

## (57)【要約】

【目的】 高輝度、高性能の青色発光素子を発光層に含有する有機電界発光素子を得る。

【構成】 少なくとも一方が透明である一対の電極間に 正孔輸送層と電子輸送層を有する発光層として8-ハイ ドロキシナルジンアルミニウム化合物を含有させた有機 電界発光素子とする。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも一方が透明である一対の電極間に発光層を有する有機電界発光素子に於いて、該発光層が8-ハイドロキシキナルジンアルミニウム化合物を含有してなることを特徴とする有機電界発光素子。

#### 【発明の詳細な説明】

## [0001]

【産業上の利用分野】本発明は電気的な発光、即ち電界 発光を用いた有機電界発光素子の発光層に関するもので あり、詳しくは、各種表示素子の発光体として用いられ 10 る有機電界発光素子に関するものである。

#### [0002]

【従来の技術】従来、電界発光を利用した電界発光素子は、薄型平面デイスプレイ素子、液晶デイスプレイの背面光源及び平面光源等に用いられている。現在、実用に供されている電界発光素子は、蛍光体をバインダーに分散させた発光層に交流電圧を印加して発光させる、いわゆる分散型電界発光素子である。しかし、分散型電界発光素子では、数10 v程度で10 KH z の駆動電源が、電界素子を組み込んだ小型バーソナルコンピュータなどの電子回路の雑音源となり、機器本来の機能を阻害する原因となっている。

【0003】近年、発光層材料としては、有機化合物を用いて10 v程度の低い直流電圧で駆動でき、従来の分散型電界発光索子と同等以上の輝度を有する有機電界発光索子が開発され、分散型電界発光索子の欠点を克服できる素子として注目を集めている。(C. W. Tangand S. A. Vanslyke, Appl. Phys. Lett. 51, pp. 913~915(1987)。しかしながら、有機電界発光索子においては、発 30光輝度や発光状態の波長安定性などの索子特性に改良すべき問題点を多く有している。

【0004】有機電界発光素子の発光材料としては、現在、知られているもののうちでは、オキシンアルミニウム錯体、即ち、トリス(8-オキシキノリノール)アルミニウム(以下Alq'と略す)が最も実用性が高い。即ち、Alq'は、成膜性、電気電導性、発光輝度及び発光状態の波長安定性などの点で、有機薄膜電界発光素子の発光材料に求められる条件を十分に満たしている緑色発光剤材料である。しかし、発光剤として、Alq'に匹敵する青色発光剤は、未だ開発されていない。

## [0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、有機 電界発光素子として、Alg<sup>3</sup> に匹敵する特性を有する 青色発光剤の提供にある。

## [0006]

【課題を解決するための手段】本発明者らは有機電界素 性の高分子化合物及びオリゴマー化合物、正孔輸送性の 高分子化合物及びオリゴマー化合物にTPDを配合した シキナルジンアルミニウム化合物が、青色発光剤として 組成物並びにポリカーボネート樹脂にTPDを配合した 成膜性、電気電導性、発光輝度及び発光状態の波長安定 50 様な高分子化合物と低分子正孔輸送剤の配合組成物など

性などの点で優れていることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0007】即ち、本発明は、少なくとも一方が透明である一対の電極間に発光層を有する有機電界発光素子に 於いて、該発光層が8-ハイドロキシキナルジンアルミ ニウム化合物を含有してなることを特徴とするものである。

【0008】本発明における有機電界発光素子は、透明基板上に、透明導電膜電極、発光層及び金属膜電極が順次形成された構造を有するものである。そして、具体的な例としては、①透明基板6に陽極として透明導電膜電極2、発光層として有機正孔輸送剤薄膜4及び有機発光剤3を、陰極として金属膜電極1を積層したもの(図1)、②透明基板6に陽極として透明導電膜電極2、発光層として有機正孔輸送剤薄膜4、有機発光剤3及び有機電子輸送剤薄膜5を、陰極として金属膜電極1を積層したもの(図2)などがある。

【0009】本発明で用いる透明基板6としては、例えばガラス基板が用いられる。

【0010】また、透明導電膜電極2の材料としては、 例えばインジウム・スズ酸化物(以下ITOという)が 用いられる。

【0011】発光層の材料としては、各種有機化合物が用いられる。発光層の構成は、正孔輸送層と電子輸送層(狭義の発光層)とを積層したものが一般的であり、具体的には、有機正孔輸送剂薄膜4と有機発光剂薄膜3とを積層したもの、又は有機正孔輸送剤薄膜4、有機発光剤薄膜3及び有機電子輸送剤薄膜5とを積層したものなどがある。

【0012】次に、本発明に用いられる金属膜電極1の 材料としては、各種の金属、合金が用いられる。

【0013】本発明の有機電界発光素子に用いる透明導電膜電極、発光層及び金属膜電極は、スパッタリング法や真空蒸着法(抵抗加熱方式、電子ピーム加熱方式)などの製膜法により形成される。

【0014】とのような構成を有する有機電界発光素子は、陽極及び陰極1対の電極からそれぞれ注入された電子と正孔とが発光層で再結合することによる発光現象を利用した素子であり、動作的には発光ダイオードと類似 ひている。

【0015】更に、詳しく本発明の有機電界発光素子について説明する。本発明の有機電界発光素子の正孔輸送層としては、N, N'ージフェニルーN, N'ー(3-メチルフェニル)ー1, 1'ーピフェニルー4, 4'ージアミン(以下TPDという)に代表される第3級アミン誘導体、ポリビニルカルバゾールに代表される正孔輸送性の高分子化合物及びオリゴマー化合物、正孔輸送性の高分子化合物及びオリゴマー化合物にTPDを配合した組成物並びにポリカーボネート樹脂にTPDを配合した様な高分子化合物と低分子正孔輸送剤の配合組成物など

3

多くの有機化合物が用いられる。

【0016】そして、高分子化合物を含む正孔輸送層は、溶剤に溶解させてスピンコート法や引き上げ法及び印刷法などでITO上に塗布して正孔輸送層を形成させてもよい。

【0017】本発明の有機電界発光素子に用いる8-ハ イドロキシキナルジンアルミニウム化合物の発光剤は、 8-ハイドロキシキナルジンと有機アルミニウム化合物 とからなり、例えば、アルミニウムージーn-ブトキシ ドモノエチルアセテート(Aluminium-di-n-butoxide-mo 10 no-ethyl acetate)、アルミニウム-ジーn-ブトキシ ドモノメチルアセテート(Aluminium-di-n-butoxide-mo no-methyl acetate)、アルミニウムージーイソーブトキ シドモノメチルアセテート(Aluminium-di-iso-butoxid e-mono-methyl acetate)、アルミニウムージーsec-プトキシドモノメチルアセテート(Aluminium-di-sec-b utoxide-mono-methyl acetate)、アルミニウムージーイ ソープロポキシドモノエチルアセテート (Aluminium-di -iso-Propoxide-mono-ethyl acetate)及びアルミニウム トリアルコキシ化合物等を混合加熱溶融反応させて得る 20 ととができる。

【0018】また、他の製造方法としては、前記原料をベンゼン、トルエン、ヘキサンヘプタン等の有機溶剤中で反応させて得られた生成物を昇華精製することにより得られる。

【0019】この8-ハイドロキシキナルジンアルミニウム化合物は、クロロフォルム溶液中で478nmの強い蛍光を放射し、固体に於いても紫外光を照射すると強い青色の蛍光を放射する特性を有し、発光剤として上記の正孔輸送層上に積層される。

【0020】更に、本発明の発光剤(8-ハイドロキシキナルジンアルミニウム化合物)は、発光剤の機能と電子輸送剤としての機能も発揮するが、電子輸送剤として、例えば発光色の相違するAlq<sup>3</sup>の様なものを本発明の発光剤層上に積層してもよい。

【0021】そして、電極膜金属としては、仕事関数の った 小さい金属が好ましく、例えば、マグネシウムやマグネ とし、シウムと銀の共蒸着金属、リチウムとマグネシウム共蒸 輝度の 着金属、マグネシウムと銅の共蒸着金属などが好まし スペク で、更に、前記仕事関数の小さい金属蒸着後に銀や銅な 40 った。 どの酸化に安定な金属を蒸着する方法、合金をスパッタ リングする方法などで得た金属蒸着膜が、特に好まし に 電界子

【0022】以上の具体的な有機化合物や金属は、本発明の発光剤である8-ハイドロキシキナルジンアルミニウム化合物を発光層に含有する有機電界発光素子を製造するための代表的なものであり、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0023]

【実施例】以下、本発明の実施例について、図面を参照 50 極めて重要である。

して詳細に説明する。

#### 実施例1

ガラス基板上にITO膜を形成したガラスITO基板(松崎真空社製)をエッチングしてITO膜パターンを形成した。とのITO膜パターン付きガラス基板をアセトン中で超音波洗浄した後に500℃、20分間オーブン中で処理した。ITO基板は、室温23℃に放冷してから真空蒸着装置にセットして、真空装置を真空度2×10<sup>-6</sup> torrまで真空にした。次いで、タンタル製電気抵抗加熱ボートにてTPDを500人蒸着した。引き続いて、タンタル製電気抵抗加熱ボートにて、8-ハイドロキシキナルジンアルミニウム化合物を500人蒸着した。引き続いて、ステンレス製マスクを介してマグネシウムと銀を原子比で10:1の割合で3000人共蒸着して、更に、銀単独を200人蒸着して有機電界発光素子を作製した(図1)。

【0024】この有機電界発光素子は、ITOを陽極とし、金属蒸着膜を陰極として直流電圧を印加すると高輝度の青色発光が観察された。蛍光分光光度計にて発光スペクトルを測定した結果、主波長は、478nmであった。発光輝度100cd/m³で100時間、連続発光させた後の発光スペクトルとの主波長は、478nmと発光開始時と変化はなかった。

#### 【0025】比較例1

有機電界発光素子の作製は、実施例1の8-ハイドロキシキナルジンアルミニウム化合物をAlq<sup>3</sup> に代えた以外は実施例1と同様に行った。この有機電界発光素子は、ITOを陽極とし、金属蒸着膜を陰極として直流電圧を印加すると高輝度の緑色発光が観察された。蛍光分30 光光度計にて発光スペクトルを測定した結果、主波長は、540nmであった。

#### 【0026】実施例2

有機電界発光素子の作製は、実施例1の8-ハイドロキシキナルジンアルミニウム化合物を400A蒸着後にA1q³を100A蒸着した以外は、実施例1と同様に行った(図2)。との有機電界発光素子は、ITOを陽極とし、金属蒸着膜を陰極として直流電圧を印加すると高輝度の青色発光が観察された。蛍光分光光度計にて発光スペクトルを測定した結果、主波長は、478nmであった。

### [0027]

【発明の効果】以上説明したように、本発明による有機電界発光素子においては、陽極と陰極金属との間に互いに積層された正孔輸送層、発光剤層を配置した構成の有機電界発光素子であり、発光剤層が、固体状においても強い青色蛍光を発する8-ハイドロキシキナルジンアルミニウム化合物であるので、Alq'を発光剤層とした緑色に発光する有機電界発光素子に匹敵する特性を有する青色に発光する有機電界発光素子が提供でき工業的に極めて重要である。

6

## 【図面の簡単な説明】

【図1】有機電界発光素子を示す断面構造図の一例である。

【図2】図1とは異なる有機電界発光素子を示す断面構造図の一例である。

【図3】有機電界発光素子の印加電圧に対する発光特性 (輝度)を示すグラフである。

【図4】有機電界発光素子それぞれの発光スペクトル分米

\* 布を表すグラフである。

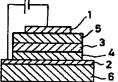
【符号の説明】

- 1 金属膜電極
- 2 透明導電膜電極
- 3 有機発光剤薄膜
- 4 有機正孔輸送剂薄膜
- 5 有機電子輸送剤薄膜
- 6 透明基板

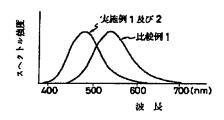
[図1]



【図2】



【図4】



[図3]

